

10/541121

DOCKET NO.: 273503US0PCT

JC20 Rec'd PCT/PTO 30 JUN 2005

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Michel DROUX, et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/FR04/00014

INTERNATIONAL FILING DATE: January 7, 2004

FOR: MANUFACTURE OF A VEIL MADE OF GLASS AND CELLULOSE FIBERS IN CATIONIC MEDIUM

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**  
**AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Commissioner for Patents  
Alexandria, Virginia 22313

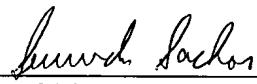
Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<b><u>COUNTRY</u></b>	<b><u>APPLICATION NO</u></b>	<b><u>DAY/MONTH/YEAR</u></b>
France	03 00125	08 January 2003

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/FR04/00014. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



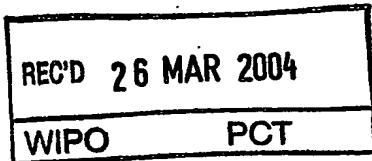
---

Norman F. Oblon  
Attorney of Record  
Registration No. 24,618  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220  
(OSMMN 08/03)



# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

### COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 08 JAN. 2004

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

REGLE 17.1.a) OU b)

#### DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA

**INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIETE  
INDUSTRIELLE**

**SIEGE**  
26 bis, rue de Saint Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
[www.inpi.fr](http://www.inpi.fr)



INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04 Télécopie : 33 (1) 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*03

### REQUÊTE EN DÉLIVRANCE page 1/2



Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 e 8 / 210502

<p>REMISSÉ DES PIÈCES DATE 08 JAN 2003 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0300125 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI - 8 JAN. 2003</p>		<p>Réervé à l'INPI</p> <p><b>1</b> NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE Christian COLOMBIER SAINT-GOBAIN RECHERCHE 39 QUAI LUCIEN LEFRANC 93300 AUBERVILLIERS</p>																																																													
<p><b>2</b> Vos références pour ce dossier (facultatif) CC4 2003001 FR</p> <p><b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie</p> <p><b>2.1 NATURE DE LA DEMANDE</b> <input checked="" type="checkbox"/> Cochez l'une des 4 cases suivantes</p> <table border="0"> <tr> <td>Demande de brevet</td> <td><input checked="" type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td>Demande de certificat d'utilité</td> <td><input type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td>Demande divisionnaire</td> <td><input type="checkbox"/></td> </tr> <tr> <td><i>Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale</i></td> <td>N° _____ Date _____</td> </tr> <tr> <td><i>Demande de brevet initiale</i></td> <td>N° _____ Date _____</td> </tr> <tr> <td>Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i></td> <td>N° _____ Date _____</td> </tr> </table> <p><b>3</b> TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</p> <p>FABRICATION D'UN VOILE EN FIBRES DE VERRE ET DE CELLULOSE EN MILIEU CATIONIQUE</p> <p><b>4</b> DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</p> <table border="0"> <tr> <td>Pays ou organisation</td> <td>Date _____</td> <td>N° _____</td> </tr> <tr> <td>Pays ou organisation</td> <td>Date _____</td> <td>N° _____</td> </tr> <tr> <td>Pays ou organisation</td> <td>Date _____</td> <td>N° _____</td> </tr> <tr> <td colspan="3"><input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</td> </tr> </table> <p><b>5</b> DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</p> <table border="0"> <tr> <td><input checked="" type="checkbox"/> Personne morale</td> <td><input type="checkbox"/> Personne physique</td> </tr> </table> <table border="0"> <tr> <td>Nom ou dénomination sociale</td> <td colspan="2">SAINT-GOBAIN VETROTEX FRANCE S.A.</td> </tr> <tr> <td>Prénoms</td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td>Forme juridique</td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td>N° SIREN</td> <td colspan="2">_____</td> </tr> <tr> <td>Code APE-NAF</td> <td colspan="2">_____</td> </tr> <tr> <td rowspan="3">Domicile ou siège</td> <td>Rue</td> <td>130 AVENUE DES FOLLAZ</td> </tr> <tr> <td>Code postal et ville</td> <td>73100 CHAMBERY</td> </tr> <tr> <td>Pays</td> <td>FRANCE</td> </tr> <tr> <td colspan="2">Nationalité</td> <td>FRANCAISE</td> </tr> <tr> <td colspan="2">N° de téléphone (facultatif)</td> <td>N° de télécopie (facultatif)</td> </tr> <tr> <td colspan="2">Adresse électronique (facultatif)</td> <td></td> </tr> <tr> <td colspan="3"><input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</td> </tr> </table>				Demande de brevet	<input checked="" type="checkbox"/>	Demande de certificat d'utilité	<input type="checkbox"/>	Demande divisionnaire	<input type="checkbox"/>	<i>Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale</i>	N° _____ Date _____	<i>Demande de brevet initiale</i>	N° _____ Date _____	Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>	N° _____ Date _____	Pays ou organisation	Date _____	N° _____	Pays ou organisation	Date _____	N° _____	Pays ou organisation	Date _____	N° _____	<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»			<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale	<input type="checkbox"/> Personne physique	Nom ou dénomination sociale	SAINT-GOBAIN VETROTEX FRANCE S.A.		Prénoms			Forme juridique			N° SIREN	_____		Code APE-NAF	_____		Domicile ou siège	Rue	130 AVENUE DES FOLLAZ	Code postal et ville	73100 CHAMBERY	Pays	FRANCE	Nationalité		FRANCAISE	N° de téléphone (facultatif)		N° de télécopie (facultatif)	Adresse électronique (facultatif)			<input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»		
Demande de brevet	<input checked="" type="checkbox"/>																																																														
Demande de certificat d'utilité	<input type="checkbox"/>																																																														
Demande divisionnaire	<input type="checkbox"/>																																																														
<i>Demande de brevet initiale ou demande de certificat d'utilité initiale</i>	N° _____ Date _____																																																														
<i>Demande de brevet initiale</i>	N° _____ Date _____																																																														
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>	N° _____ Date _____																																																														
Pays ou organisation	Date _____	N° _____																																																													
Pays ou organisation	Date _____	N° _____																																																													
Pays ou organisation	Date _____	N° _____																																																													
<input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»																																																															
<input checked="" type="checkbox"/> Personne morale	<input type="checkbox"/> Personne physique																																																														
Nom ou dénomination sociale	SAINT-GOBAIN VETROTEX FRANCE S.A.																																																														
Prénoms																																																															
Forme juridique																																																															
N° SIREN	_____																																																														
Code APE-NAF	_____																																																														
Domicile ou siège	Rue	130 AVENUE DES FOLLAZ																																																													
	Code postal et ville	73100 CHAMBERY																																																													
	Pays	FRANCE																																																													
Nationalité		FRANCAISE																																																													
N° de téléphone (facultatif)		N° de télécopie (facultatif)																																																													
Adresse électronique (facultatif)																																																															
<input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»																																																															

Remplir impérativement la 2<sup>ème</sup> page

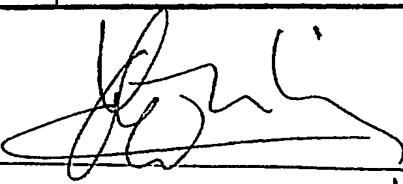
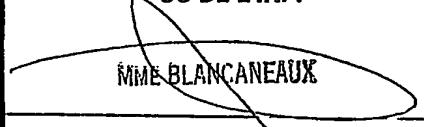
**BREVET D'INVENTION  
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

**REQUÊTE EN DÉLIVRANCE**  
page 2/2

**BR2**

8 JAN 2005 Réservé à l'INPI  
REMISE DES PIÈCES  
DATE 75 INPI PARIS  
LIEU  
N° D'ENREGISTREMENT 0300125

DB 540 W / 210502

<b>6 MANDATAIRE (s'il y a lieu)</b>			
Nom		COLOMBIER	
Prénom		CHRISTIAN	
Cabinet ou Société		SAINT-GOBAIN RECHERCHE	
N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		422-5/S.006	
Adresse	Rue	39 QUAI LUCIEN LEFRANC	
	Code postal et ville	93100 AUBERVILLIERS	
	Pays	FRANCE	
N° de téléphone (facultatif)		01 48 39 58 86	
N° de télécopie (facultatif)		01 48 34 66 96	
Adresse électronique (facultatif)			
<b>7 INVENTEUR (S)</b>		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques	
Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		<input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)	
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	
Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt	
		<input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
<b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		Uniquement pour les personnes physiques	
		<input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenu antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG <input type="text"/>	
<b>10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS</b>		<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences	
Le support électronique de données est joint		<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	
La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe			
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
<b>11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)</b>			
Christian COLOMBIER Pouvoir 422-5/S.006		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b>	
		 Mme BLANCANEAUX	

## FABRICATION D'UN VOILE EN FIBRES DE VERRE ET DE CELLULOSE EN MILIEU CATIONIQUE

5 L'invention concerne un procédé de fabrication en milieu cationique d'un voile comprenant des fibres de verre et des fibres de cellulose.

Les voiles comprenant des fibres cellulosiques et des fibres de verre présentent à la fois une forte résistance à la traction et une forte résistance à la déchirure. Cette combinaison de propriétés font de ce type de matériau un 10 excellent candidat pour le renforcement des bardeaux (« shingle » en anglais), souvent appelés « bardeaux canadiens ». Ces bardeaux sont généralement obtenus par imprégnation d'une structure fibreuse comme un voile par un goudron ou asphalte.

15 On entend par voile (« veil » en anglais) un non-tissé constitué de filaments complètement dispersés. Les voiles de la présente invention ont généralement une masse surfacique allant de 20 à 150 g/m<sup>2</sup> et plus particulièrement 30 à 130 g/m<sup>2</sup>, par exemple environ 100 g/m<sup>2</sup>.

20 Le WO 9913154 enseigne un procédé de préparation par voie humide d'un voile verre/cellulose comprenant 5 à 15 % de liant. Selon ce document, la dispersion des fibres est assurée en présence d'un modifieur de viscosité anionique (Nalco 2388) et d'un dispersant dont la nature n'est pas précisée.

25 Le WO 0111138 enseigne un procédé de préparation en deux étapes comprenant une première étape de préparation d'une suspension comprenant des fibres de cellulose et un polymère cationique, une seconde étape de préparation d'une suspension comprenant des fibres de verre, un dispersant et un modifieur de viscosité, ces deux suspensions étant ensuite réunis avant passage sur une toile de formation. Ce document n'enseigne rien sur le caractère ionique ou non de l'eau de procédé au moment de son passage sur la toile de formation.

30 La solution aqueuse dans laquelle les fibres sont dispersées est appelée eau de procédé. La demanderesse a découvert que la nature du caractère ionique de l'eau de procédé au moment du passage de la suspension comprenant les deux types de fibres sur la toile de formation revêtait une grande importance pour la qualité de la dispersion elle-même et en conséquence pour l'homogénéité du voile formé. Le procédé selon l'invention est particulièrement simple car il permet

la mise en suspension en une seule étape et directement dans l'eau de procédé à la fois des fibres de verre et des fibres de cellulose.

La fabrication d'un voile en continu implique le passage d'un lit de fibres dispersées par un ensemble de plusieurs dispositifs successifs devant chacun appliquer aux dites fibres un traitement particulier. Le lit de fibres, après sa formation dans un « dispositif de formation », traverse ensuite le cas échéant un « dispositif de dépose de liant » puis un « dispositif d'étuvage ». Le transport du lit au travers de ces dispositifs est réalisé grâce à des tapis défilants, le lit pouvant généralement être amené à passer d'un tapis à l'autre.

10 Le procédé selon l'invention comprend :

-une étape de mise en dispersion dans une eau de procédé de fibres coupées de verre et de fibres de cellulose, puis,

-une étape de formation d'un lit dans un dispositif de formation par passage de la dispersion sur une toile de formation à travers laquelle l'eau de procédé est drainée, les fibres étant retenues sur ladite toile, ladite dispersion présentant au moment dudit passage une charge ionique positive (c'est-à-dire cationique) du fait que l'eau de procédé à cet instant est elle même cationique, de préférence telle que 10 millilitres de l'eau de procédé à cet instant est neutralisable par 1 à 4 millilitres de solution titrante anionique à  $1.10^{-3}$  N puis,

-une étape de traitement thermique dans un dispositif d'étuvage.

Selon l'invention, l'eau de procédé est cationique au moins dès que l'on commence à lui ajouter des fibres. De préférence, l'eau de procédé ainsi que la dispersion qui la contient reste cationique au moins jusqu'au passage sur la toile de formation. Dans un procédé en continu recyclant l'eau de procédé, celle-ci est généralement en permanence cationique. Ainsi, le procédé peut être continu, l'eau de procédé étant recyclée et présentant un caractère cationique tout au long de sa boucle de circulation.

30 Le caractère cationique de l'eau de procédé est à l'origine d'une dispersion favorable des fibres de verre et de cellulose dès l'introduction de celles-ci dans ladite eau, jusqu'au passage sur la toile de formation.

Le maintien d'un caractère cationique de l'eau de procédé n'exclut pas la présence dans ladite eau si nécessaire d'ingrédients à caractère anionique, non-

ionique ou amphotère (c'est-à-dire à la fois cationique et anionique) dès lors que globalement, grâce à la présence d'au moins un autre ingrédient à caractère cationique, le caractère globalement cationique de l'eau de procédé est assuré. Généralement, l'eau de procédé contient au moins un dispersant cationique en 5 quantité suffisante pour que l'eau de procédé soit cationique.

Le caractère ionique de l'eau de procédé peut être déterminé par dosage potentiométrique. Pour cela, on peut notamment utiliser un détecteur de charge de particules comme celui de marque Mütek PCD 03 et un titrateur Mütek Titrator PCD-Two. Le principe de la méthode consiste à neutraliser un volume déterminé 10 (par exemple 10 ml) de l'eau de procédé dont on veut déterminer le caractère cationique, par un volume mesuré d'une solution aqueuse titrante anionique. Comme solution titrante, on peut par exemple utiliser une solution de polyéthylène-sulfonate de sodium (dite « Pes-Na »), par exemple à  $10^{-3}N$ . On peut exprimer le caractère cationique de l'eau de procédé par le nombre de millilitres 15 de solution de Pes-Na nécessaires pour neutraliser 10 millilitres d'eau de procédé dosée.

De préférence l'eau de procédé est cationique de sorte que 10 ml d'eau de procédé puisse être neutralisée par 1 à 10 ml de solution titrante anionique à  $10^{-3}N$  et de manière encore préférée par 1,5 à 4 ml de ladite solution titrante 20 anionique.

Ceci revient également à dire que de préférence, l'eau de procédé est cationique de  $1.10^{-4}N$  à  $1.10^{-3}N$  et de manière encore préférée de  $1.5.10^{-4}N$  à  $4.10^{-4}N$ .

Pour être mises en dispersion dans l'eau, les fibres doivent pouvoir rester à 25 l'état individuel et ne pas se regrouper mélangées dans l'eau de procédé. Si l'on disperse dans l'eau des fils coupés, ensemble de fibres, ces fils doivent pouvoir se défilamentiser en dispersion dans l'eau. On entend par « fil » un ensemble de filaments contigus et comprenant plus particulièrement de 10 à 2000 fibres. Ainsi, les fibres peuvent être introduites dans l'eau de procédé sous la forme de fils 30 comprenant plus particulièrement 10 à 2000 fibres.

Les fibres de verre peuvent avoir été ensimées lors de leur fabrication, pour être rassemblés le cas échéant sous forme de fils, notamment par des liquides d'ensimage comprenant un organosilane et / ou un agent collant (« film former »

en anglais). Il est préférable dans ce cas de ne pas sécher les fibres avant de les mettre en dispersion dans l'eau, de façon à éviter qu'ils ne se collent entre eux, ce qui gênerait leur dispersion à l'état de filaments individuels.

Les fibres de cellulose sont généralement obtenues à partir de pulpe de bois. Cette pulpe de bois est généralement obtenue à partir de feuilles commerciales en carton que l'on ramollit avec de l'eau. Cette eau utilisée pour ramollir le carton sert ensuite au transport de la pulpe en direction de l'installation de réalisation de la dispersion. Ce mélange eau / pulpe contient généralement juste l'eau suffisante pour pouvoir véhiculer la pulpe par écoulement. Ce mélange pulpe / eau avant d'atteindre le milieu de la dispersion contient généralement de 70 à 99 % en poids d'eau et 1 à 30% en poids de cellulose.

La mise en dispersion dans l'eau de procédé des deux types de fibres peut être réalisée, par exemple dans un pulpeur. Cette mise en dispersion peut être réalisée dans un premier temps dans un pulpeur par exemple avec une proportion de fibres telle que la somme de la masse fibres de verre + fibres de cellulose aille de 0,01% à 0,5% en poids de la somme du poids des fibres et de l'eau de procédé.

De préférence, la dispersion fibres/eau de procédé au moment de passer dans l'étape de formation du lit sur la toile de formation est telle que la somme de la masse des fibres représente 0,01 à 0,5% en poids de ladite dispersion et de préférence 0,02 à 0,05% en poids de ladite dispersion. La dispersion peut subir une diminution de concentration en fibres en passant du pulpeur au dispositif de formation du lit.

Dans l'eau de procédé, le rapport de la masse des fibres de verre sur celui de la masse des fibres de cellulose est le même que celui souhaité dans le voile final.

L'eau de procédé peut comprendre un épaississant pour faire augmenter la viscosité de l'eau de procédé. Cet épaississant peut être présent à raison de 0 à 0,5 % en poids dans l'eau de procédé. Cet épaississant peut par exemple être une hydroxyéthylcellulose (par exemple Natrosol 250HHR de Hercules). L'hydroxyéthylcellulose est un composé de type anionique.

L'eau de procédé comprend généralement un dispersant cationique. Ce dispersant cationique peut généralement être présent à raison de 0 à 0,1% en

poids dans l'eau de procédé. Ce dispersant cationique peut être par exemple la guanidine ou une amine à chaîne grasse. On peut notamment utiliser l'aerosol C 61 commercialisé par CYTEC. Il peut également s'agir d'une alkylamine polyoxylée.

5        On introduit de préférence l'épaississant de façon à ce que l'eau de procédé présente à 20°C une viscosité comprise entre 1 et 20 mPa.s et de préférence comprise entre 3 et 16 mPa.s.

10      La dispersion eau de procédé/fibres est agitée, puis envoyée sur une toile de formation perméable laissant s'écouler l'eau de procédé à travers elle et retenant les fibres à sa surface. L'eau de procédé peut être aspirée pour améliorer son évacuation. L'eau de procédé peut être recyclée pour être de nouveau mélangée avec des fibres. Les fibres forment ainsi un lit en surface de la toile de formation.

15      Il n'est pas nécessaire de faire passer le lit formé par un dispositif d'application d'un liant si l'on a déjà mis dans la dispersion un liant ou un précurseur de liant du voile final.

20      Cependant, généralement, la dispersion ne comprend pas le liant ou le précurseur du liant final, et ce liant où ce précurseur de liant sont généralement appliqués sur le voile dans un dispositif d'application du liant ou de son précurseur placé entre l'étape de formation du lit et l'étape du traitement thermique.

25      Le voile final (sec après traitement thermique) comprend généralement 8 à 27 % en poids de liant et plus généralement 15 à 21 % en poids de liant, le reste de la masse du voile étant généralement constitué par la masse des fibres ce qui inclut les éventuels produits d'ensimage qui les recouvrent. Ainsi, le voile final comprend généralement

- 2 à 12 % de cellulose,
- 70 à 80 % de verre,
- 8 à 27 % de liant.

30      Si l'on choisit d'appliquer au moins une partie du liant total par un dispositif d'application d'un liant, on applique généralement celui-ci sous la forme d'une dispersion aqueuse

- soit par trempage entre deux toiles de formation auquel cas le produit maintenu entre les deux toiles est plongé dans un bain par l'intermédiaire de paires de rouleaux,
- soit par dépôt sur le lit de fibres, par une cascade, ce qui signifie que la dispersion aqueuse de liant est coulée sur la nappe de fibres selon un filet perpendiculaire à ladite nappe et perpendiculaire au sens de défilement de ladite nappe.

5 Le liant peut être du type de ceux habituellement utilisés dans ce genre de réalisation. Notamment il peut s'agir d'acétate de polyvinyle (PVAc) plastifié ou 10 styrène acrylique ou acrylique auto-réticulable ou urée formol ou mélamine formol. L'excès de liant peut être évacué par aspiration à travers la toile de formation.

15 L'étape de traitement thermique a pour but d'évaporer l'eau ainsi que réaliser les éventuelles réactions chimiques entre les différents constituants et/ou pour transformer le précurseur de liant en liant et/ou pour donner au liant sa structure finale. Le traitement thermique peut être réalisé par chauffage entre 140 et 250°C et plus généralement entre 180 et 230°C. La durée du traitement thermique va généralement de 2 secondes à 3 minutes et plus généralement de 20 secondes à 1 minute (par exemple 30 secondes à 200°C). Le voile peut être séché et traité thermiquement en étuve à air chaud à circulation au travers du 20 tapis.

La figure 1 représente schématiquement un procédé industriel de préparation en continu d'un voile selon l'invention. Les fibres de verre sont introduites en (g) dans un pulpeur et les fibres de cellulose sont introduites en (c) dans le même pulpeur en présence d'eau de procédé et sous agitation pour 25 former une dispersion. Le mélange se déverse ensuite éventuellement dans un bac de stockage 2 à travers la canalisation 3, la fonction du bac de stockage étant de d'augmenter la durée de mélange entre les filaments et l'eau de procédé. Ce bac de stockage est facultatif. Le mélange est ensuite amené à travers la canalisation 4 à la canalisation 5, laquelle rassemble le flux de mélange provenant 30 de la canalisation 4 à un flux d'eau de procédé recyclé et provenant de la caisse de tête 6 (« head box » en anglais) à travers la canalisation 7. A ce niveau, la teneur en fibres dans le mélange fibres/eau de procédé est fortement abaissée. De l'eau de procédé est drainée en 14 et éventuellement aspirée en 15 à travers

la toile de formation 8 et est recyclée par l'intermédiaire de la canalisation 17. Cette eau recyclée est ensuite partagée en 16, par exemple pour environ 10% pour retourner vers le pulpeur à travers la canalisation 10 et pour environ 90% pour retourner vers la caisse de tête 6 à travers les canalisations 9, 7 puis 5. La circulation dans les canalisations est assurée par les pompes 11, 12 et 13. La pompe 11 est appelée pompe principale (« fan pump » en anglais). Le voile en formation 18 fait ensuite un « saut de tapis » vers le dispositif d'étuvage 19 réalisant le traitement thermique, et le voile final est enroulé en 20.

L'invention permet la réalisation de voiles dont la résistance à la déchirure peut même être supérieure à 430 voire supérieure à 450 gf tel que mesuré par la norme ISO 1974, et ce tout en montrant une forte résistance à la traction, généralement supérieure à 22 kgf telle que mesurée selon la norme ISO 3342 adaptée en ce que la largeur du gabarit de découpe de l'éprouvette est de 50 mm et que la vitesse de déplacement des pinces est de 50 mm/min  $\pm$  5 mm/min. Ceci vaut notamment pour un voile selon l'invention dont le rapport massique verre/cellulose (hors liant) va de 2,4 / 97,5 à 14,6 / 85,3.

### EXEMPLE

Dans ce qui suit, on décrit un mode de réalisation de laboratoire non continu. On prépare une eau de procédé cationique contenant :

- 0,25 % en poids d'hydroxyéthyl cellulose (de marque Natrosol 250HHR de la société Hercules) en tant qu'épaississant,
- 0,015% en poids d'Aérosol C61 de Cytec (tensio-actif « complexe d'alkylguanidine-amine-ethanol dans l'isopropanol ») en tant que dispersant cationique,
- de l'eau pour compléter à 100% la composition de l'eau de procédé.

Elle présente le caractère cationique requis au sens de la présente invention compte tenu de ce qu'on mesure 2,6 ml de contre-ion à une concentration de  $10^{-3}N$  pour 10 ml d'eau de procédé.

On met dans 5 litres de cette eau de procédé :

- 3 grammes de suspension de fibre de cellulose dans l'eau dont les caractéristiques sont : raffinage de 60°SR, siccité de 14,5% (soit 14,5 % de matière sèche),

- 8 grammes de fibre de verre de diamètre filamentaire d'environ 13  $\mu\text{m}$  coupée à une longueur d'environ 18 mm.

La viscosité de l'eau de procédé est de 15 mPa.s à 20°C avant introduction des fibres de cellulose et de verre.

5 Après 7 minutes de forte agitation de cette dispersion, on met cette pré-dispersion dans une formette (« hand sheet mold » en anglais) de laboratoire rectangulaire (30 cm x 30 cm) contenant 25 litres de l'eau de procédé. L'eau est ensuite drainée et le mélange de fibres est récupéré sur une toile de formation.

10 Le voile formé sur la toile passe sur une fente d'aspiration où l'eau de procédé en excès est aspirée. La formette est ensuite imprégnée par un liant (de type urée-formaldéhyde auto-réticulable) en dispersion aqueuse par trempage entre deux toiles de formation. L'excès de liant est évacué par passage sur une fente d'aspiration.

15 La feuille obtenue est ensuite séchée et traitée thermiquement en étuve à air chaud 90 secondes à 200°C).

L'invention mène à un voile dont le grammage est de 100 g/m<sup>2</sup>. Ce voile présente un niveau de résistance à la déchirure élevée. Le tableau ci-dessous donne des valeurs de résistance à la traction et de résistance à la déchirure en fonction du rapport massique verre/cellulose :

20

Verre/cellulose	100/0	99/1	95/5	90/10	85/15	80/20
Déchirure (gf)	395	410	468	469	396	420
Traction (kgf)	24	24	24	23	22	20

On constate que la résistance à la déchirure est supérieure de 19% pour les voiles contenant 5 et 10 % de cellulose par rapport aux autres voiles, tout en ayant des résistances à la traction très élevées.

25

#### EXEMPLE COMPARATIF

Dans ce qui suit, on décrit un mode de réalisation de laboratoire non continu. On prépare une eau de procédé anionique contenant :

- 0,0044% en poids de polyacrylamide anionique (de marque Nalco D

- 0,0044% en poids d'alkylamine grasse éthoxylée (de marque Schercopol DSB 140 de la société Scher Chemicals) en tant que dispersant cationique,
- de l'eau pour compléter à 100% la composition de l'eau de procédé.

5 Elle présente le caractère anionique compte tenu de ce qu'on mesure 1,6 ml de contre-ion ( solution titrante cationique : Poly-DADMAC = Poly dially dimethyl ammonium chloride) à une concentration de  $10^{-3}N$  pour 10 ml d'eau de procédé.

On met dans 5 litres de cette eau de procédé:

10

- 3 grammes de suspension dans l'eau de fibre de cellulose dont les caractéristiques sont : raffinage de 60°SR, siccité de 14,5% (soit 14,5 % de matière sèche),
- 8 grammes de fibre de verre de diamètre filamentaire d'environ  $13 \mu\text{m}$  coupée à une longueur d'environ 18 mm.

15 La viscosité de l'eau de procédé est de 2,6 mPa.s à 20°C avant introduction des fibres de cellulose et de verre.

Après 7 minutes de forte agitation de cette dispersion, on met cette pré-dispersion dans une formette de laboratoire rectangulaire (30 cm x 30 cm) contenant 25 litres de l'eau de procédé. L'eau est ensuite drainée et le mélange de fibres est récupéré sur une toile de formation.

20 La répartition des fibres sur la toile est très mauvaise . Il y a flocculation de l'ensemble des fibres (verre et cellulose) due au caractère anionique de l'eau de procédé. Le réseau fibreux ne comporte que des fibres réagglomérées. Il est possible de passer sur une fente d'aspiration où l'eau de procédé en excès est aspirée, d'imprégnier les fibres par un liant (de type urée-formaldéhyde auto-réticulable) en dispersion aqueuse par trempage entre deux toiles de formation, d'évacuer l'excès de liant par passage sur une fente d'aspiration et de sécher et traiter thermiquement la structure fibreuse en étuve à air chaud 90 secondes à 200°C.

25 30 Cependant, la structure fibreuse obtenue n'a aucune tenue et il est impossible de réaliser des tests de résistance mécanique.

**REVENDICATIONS**

1. Procédé de préparation d'un voile comprenant des fibres de verre et des fibres de cellulose, comprenant :
  - une étape de mise en dispersion dans une eau de procédé de fibres coupées de verre et de fibres de cellulose, puis,
  - une étape de formation d'un lit dans un dispositif de formation par passage de la dispersion sur une toile de formation à travers laquelle l'eau de procédé est drainée, les fibres étant retenues sur ladite toile, ladite dispersion comprenant au moment dudit passage une eau de procédé cationique, puis,
  - une étape de traitement thermique dans un dispositif d'étuvage.
2. Procédé selon la revendication précédente caractérisé en ce que au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation, l'eau de procédé est cationique de  $1.10^{-4}N$  à  $1.10^{-3}N$ .
3. Procédé selon la revendication précédente caractérisé en ce que au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation, l'eau de procédé est cationique de  $1,5.10^{-4}N$  à  $4.10^{-4}N$ .
4. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que le procédé est continu, l'eau de procédé étant recyclée et présentant un caractère cationique tout au long de sa boucle de circulation.
5. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que l'eau de procédé comprend un dispersant cationique.
6. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation la somme de la masse des fibres représente 0,01 à 0,5% en poids de ladite dispersion.
7. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation la somme de la masse des fibres représente 0,02 à 0,05% en poids de ladite dispersion.
8. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation

l'eau de procédé présente à 20°C une viscosité comprise entre 1 et 20 mPa.s.

9. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que au moment du passage de la dispersion sur la toile de formation l'eau de procédé présente à 20°C une viscosité comprise entre 3 et 16 mPa.s.

10 10. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce qu'il comprend une étape comprenant un « dispositif de dépose de liant » entre la formation du lit et le traitement thermique.

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que le traitement thermique est réalisé entre 140 et 250°C.

12. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que le voile final comprend

- 2 à 12 % de cellulose,
- 70 à 80 % de verre,
- 8 à 27 % de liant.

13. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que le voile final présente une masse surfacique allant de 20 à 150 g/m<sup>2</sup>.

20 14. Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce que le voile final présente une masse surfacique allant de 30 à 130 g/m<sup>2</sup>.

15. Voile comprenant

- 2 à 12 % de cellulose,
- 70 à 80 % de verre,
- 8 à 27 % de liant.

25 dont la résistance à la déchirure est supérieure à 430 gf telle que mesuré par la norme ISO 1974.

30 16. Voile selon la revendication précédente caractérisé en ce que la résistance à la déchirure est supérieure à 450 gf telle que mesuré par la norme ISO 1974.

17. Voile selon l'une des revendications de voile précédentes caractérisé en ce que la résistance à la traction est supérieure à 22 kgf telle que

mesurée selon la norme ISO 3342 adaptée en ce que la largeur du gabarit de découpe de l'éprouvette est de 50 mm et que la vitesse de déplacement des pinces est de 50 mm/min  $\pm$  5 mm/min.

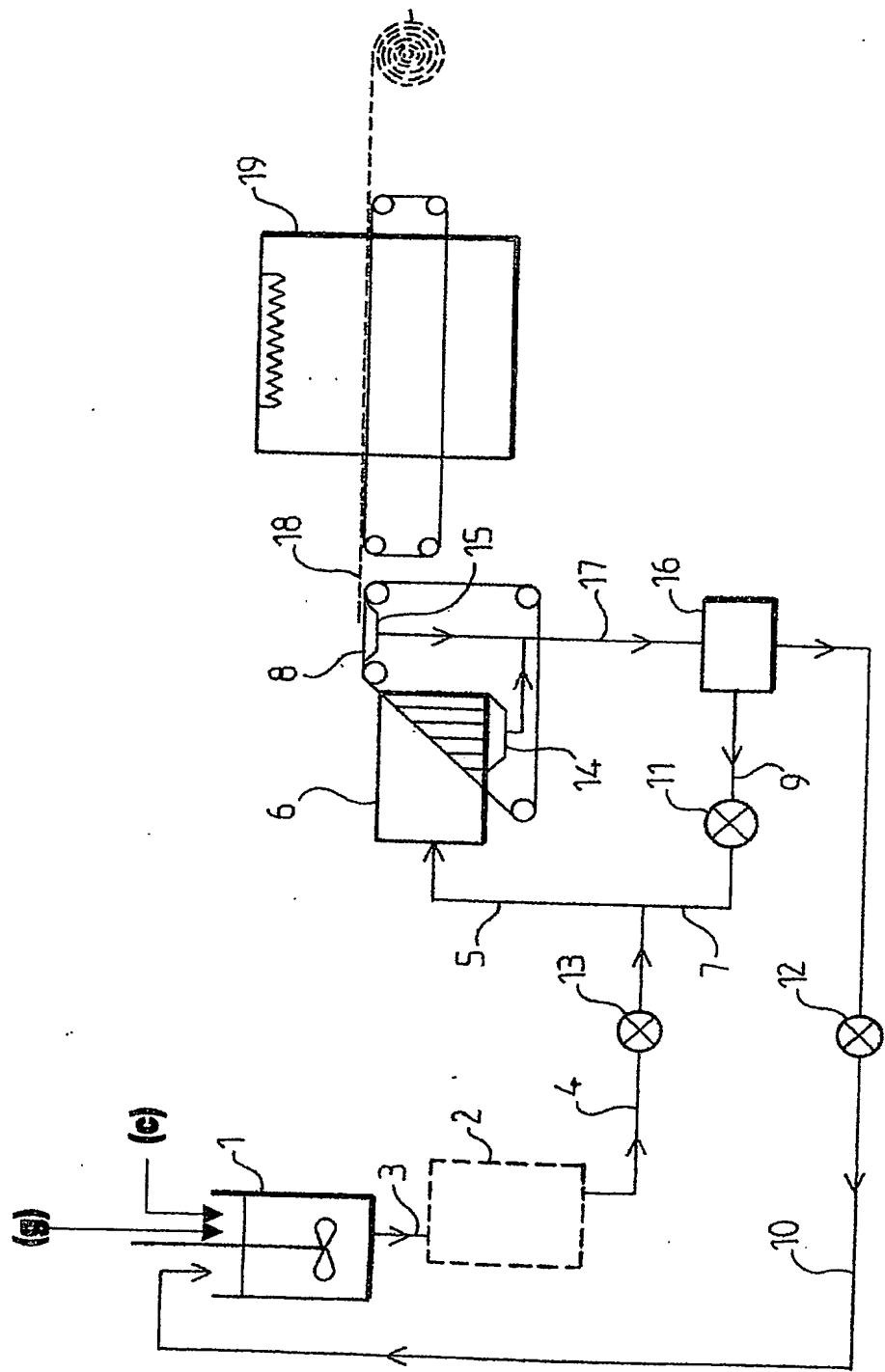


FIG.1



# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

## DÉPARTEMENT DES BREVETS

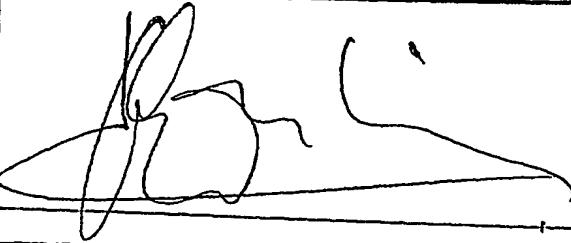
26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° J... / J...

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W /260899

Vos références pour ce dossier (facultatif)		CC4 2003001FR	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		0300125	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)			
FABRICATION D'UN VOILE EN FIBRES DE VERRE ET DE CELLULOSE EN MILIEU CATIONIQUE			
LE(S) DEMANDEUR(S) :			
SAINT-GOBAIN VETROTEX FRANCE S.A. 130 AVENUE DES FOLLAZ 73000 CHAMBERY France			
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		DROUX	
Prénoms		Michel	
Adresse	Rue	1 RUE DE L'HELIA	
	Code postal et ville	73490	LA RAVOIRE
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		DESAINTJEAN	
Prénoms		CARL	
Adresse	Rue	155 RUE LOUIS BOUVET	
	Code postal et ville	73250	SAINT PIERRE D'ALBIGNY
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)			
Le 07 janvier 2003 Christian COLOMBIER Pouvoir 422-5/S.006			

**PCT/FR2004/000014**

